

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑬ 公開特許公報(A)

平2-269034

⑫ Int. Cl.<sup>5</sup>

B 32 B 5/18  
B 01 D 19/00  
71/36

識別記号

H

庁内整理番号

7016-4F  
8822-4D  
7824-4D※

⑭ 公開 平成2年(1990)11月2日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全4頁)

⑮ 発明の名称 無菌で疎水性のポリテトラフルオルエチレン膜積層体

⑯ 特 願 平1-322786

⑰ 出 願 平1(1989)12月14日

優先権主張 ⑱ 1988年12月15日 ⑲ 米国(US) ⑳ 284514

⑳ 発 明 者 ボール・ゴールドスミ 米国マサチューセッツ州ビーボディ、フェザント・クリー  
ス ク2002  
㉑ 発 明 者 クレア・ケアリー 米国マサチューセッツ州フランミンガム、マカリー・アベニ  
ュー22  
㉒ 発 明 者 ドナルド・イー・キー 米国マサチューセッツ州ダンスティブル、フォレスト・ス  
トリート441  
㉓ 出 願 人 ミリボア・コーポレー 米国 01730マサチューセッツ州ベッドフォード、アシュビ  
ション ー・ロード80  
㉔ 代 理 人 弁理士 倉内 基弘 外1名  
最終頁に続く

## 明 細 書

1. 発明の名称 無菌で疎水性のポリテトラフル  
オルエチレン膜積層体

## 2. 特許請求の範囲

(1) 通気性ポリエステルウェブに多孔質ポリテ  
トラフルオルエチレン膜を直接積層化してなり、  
疎水性であり、しかもγ線にさらした後に順方向  
において少なくとも10psiの破裂強度を有す  
ることからなる積層体膜製品。

(2) ポリエステルウェブが織ウェブである特許  
請求の範囲第1項記載の積層体膜製品。

(3) ポリエステルウェブが不織ウェブである特  
許請求の範囲第1項記載の積層体膜製品。

## 3. 発明の詳細な説明

### 発明の分野

本発明は、多孔質で無菌の疎水性ポリテトラフ  
ルオルエチレン(PTFE)膜積層製品及びその

製造法に関する。より具体的に言えば、本発明  
は、圧力に対して機械的に抵抗性の多孔質ウェブ  
基体に疎水性PTFE膜を直接積層化することか  
ら形成された無菌のPTFE微孔質又は限外濾過  
膜積層体に関する。

本明細書において用いる用語「無菌」は、γ線に  
よって無菌にされる積層体を意味する。

膜技術の多くの用途では、機械的に強力で、熱  
的に安定で、化学薬品に対して比較的不活性でし  
かもたいのみの有機溶剤中に不溶性の膜フィルタ  
ーを利用するのが望ましい。また、表面活性剤を  
含有する溶液を含めて溶液によって加圧下に湿潤  
されないように疎水性でもあるかような膜を提供  
することが望ましい。疎水性膜は中程度の溶液圧  
下においても水溶液を通さないの、このような  
膜は、水溶液に対するシールとして有用であると  
同時に気体を通す。

本発明以前には、PTFE膜は、エチレンオキ  
シドガスで又はγ線によって殺菌されていた。エ  
チレンオキシドの使用は、そのガスが毒性でしか

も汚染問題を引き起すので望ましくない。また、 $\gamma$ 線も望ましくない。と云うのは、それはPTFE膜の機械的強度を低下させてその膜が通過の順又は逆方向における中程度の圧力に耐えることができなくなるからである。それ故に、高められた圧力に耐えることができしかも毒性の殺菌用組成物の使用を回避した無菌のPTFE膜を提供するのが望ましいだろう。

#### 発明の概要

本発明は、多孔質ポリエステルウェブ基体に多孔質ポリテトラフルオールエチレン膜を加熱積層化してなる無菌の疎水性複合体多孔質膜を提供するものである。積層体は、 $\gamma$ 線にさらすことによって無菌にされる。支持体のない無菌の積層体は、通過の順方向及び逆方向の両方において少なくとも10psiの破裂強度を有する。従来技術の複合体膜製品とは違って、ポリテトラフルオールエチレン膜は、中間の結合剤又は接着剤組成物を利用せずにポリエステル基体に直接積層化される。積層体は、膜及びポリエステルウェブを互いに接着

し、間にPTFE膜及びポリエステルウェブを加圧下に通すことによって形成される積層体は、それらを互いに接触させて加熱されたロール間に加圧下に通すことによって $\gamma$ 線に抵抗性の機械的に強力な製品をもたらさないことが分った。一般には、多孔質PTFE膜は、約0.001~10ミクロン、通常約0.1~5.0ミクロンの平均孔寸法を有する。ポリエステルウェブは、それが気体の通過を許容する開孔を有する限り織ウェブ又は不織ウェブのどちらであってもよい。

積層体を形成する際に接着剤を使用することは回避するのが望ましい。と云うのは、そのようにして製造された積層体は、その後に殺菌用 $\gamma$ 線にさらしたときに機械的に弱化されることが判明したからである。本発明の積層体は、通常約2.5~5メガラドの $\gamma$ 線にさらすことによって殺菌された後には、少なくとも10psiの順又は逆方向での圧力に耐えることができる。本明細書で使用する「順方向での圧力」はPTFE面に適用されるのに対して、「逆方向での圧力」は積層体のポ

リエステル面に適用される。加えて、本発明の殺菌された膜積層体は、それが表面活性剤を含有する溶液を含めた水溶液によって湿潤されない程の望ましい疎水性を保持している。積層体は、米国特許第3,854,907号に記載される装置における如く水性液の通過を妨げるがしかし気体を選択的に通すための通気体として有用である。かくして、本発明の積層体は、水性液用のシールとして利用することができる。加えて、本発明の積層体は気体用のフィルターとして利用することができる。

#### 特定の具体例の記述

本発明に従えば、PTFE多孔質膜は、多孔質ポリエステルウェブの片面に直接積層化される。積層化は、接着剤の如き介在物質を使用せずに直接達成される。積層化は、ロール上に巻き取られるPTFE膜、ポリエステルウェブ、及びポリエステルの片面とPTFEの片面との間に配置された保護ウェブとの積重ね合わせロールを約170~220℃の温度において積層化を生ぜしめるのに十分な時間通常約30分~7時間の間加熱することによって行われる。多孔質PTFEへのポリエステルウェブの積層化は、多孔質膜の全面がウェブに積層されるように行われる。なぜならば、そのようにされないと、膜の未積層化部分は、その後殺菌用 $\gamma$ 線にさらしたときに機械的に弱化されるからである。驚いたことに、加熱されたロー

リエステル面に適用される。加えて、本発明の殺菌された膜積層体は、それが表面活性剤を含有する溶液を含めた水溶液によって湿潤されない程の望ましい疎水性を保持している。積層体は、米国特許第3,854,907号に記載される装置における如く水性液の通過を妨げるがしかし気体を選択的に通すための通気体として有用である。かくして、本発明の積層体は、水性液用のシールとして利用することができる。加えて、本発明の積層体は気体用のフィルターとして利用することができる。

#### 例 1

この例は、本発明の積層体の製造法及びそのようにして製造した積層体が現在入手できる積層体よりも優れていることを例示するものである。

3in外径の金属コア上に不織ポリエステルウェブ、PTFE膜(0.02ミクロン孔径)及び一枚の紙を、該ポリエステルウェブ及びPTFE膜が片面でのみ互いに接触されて直径7inのロールを形成するように積重ね合わせた。このロール

を熱風循環炉において210℃で4時間加熱した。冷却後、ロールを巻き戻しそして得られたPTFE-ポリエステル積層体を5.0メガラドのγ線にさらした。

しかる後、積層体が疎水性のままであるかどうか、またその機械的強度が満足であるかどうかを調べるためにその積層体を試験した。積層体材料から直径13mmの円板を切り取った。積層体のPTFE膜面を各種ビタミンの水溶液に15 lb/in<sup>2</sup> (psi)の圧力において96時間さらした。しかる後、積層体の円板を空気流れに対する抵抗性について試験した。積層体は、その元の通気能の75%以上を保持していた。しかる後、それは通気膜として好適である。

積層体材料から切り取った13mm直径の円板を使用して積層体の機械的強度を評価した。積層体のポリエステル支持体面(逆方向)に空気圧を適用し、そしてPTFE膜が破裂するときの圧力を記録した。逆方向における膜の平均破裂強度は24 psiであった。通気膜として使用されるた

元の通気能の75%以上を保持していた。積層体の平均破裂強度は21 psiであった。これらの試験結果の両方とも、この積層体が有用な通気膜であることを示している。

### 例 3

この例は、積層体をγ線にさらすところの従来の加熱積層法によって製造されたPTFE膜積層体が満足な機械的強度を有する製品をもたらさないことを例示するものである。不織ポリエステル支持体材料(Hollytex 3252)の上にポリテトラフルオールエチレン膜(FGUP)を置いた。この二層基体をニップロールラミネーターに次の2つのプロセス条件のうちのどちらか1つを使用して供給した。

温度	204℃
ライン速度	4 ft/分
加熱ロール上での 滞留時間	7.5秒
温度	210℃

めには、積層体の逆方向における破裂強度は少なくとも10 psiでなければならない。前進方向における平均破裂強度は50 psiよりも大きかった。

これとは対照をなして、PTFE膜(0.02ミクロンの孔寸法)を接着剤でポリエステル支持体に接着させてなる積層体膜は、5.0メガラドのγ線を照射された後に、上記の試験条件下に逆方向において7 psiの破裂強度を有していた。かくして、これらの積層体膜は通気膜として有用でなかった。

### 例 2

0.2ミクロンの孔寸法を持つPTFE膜、222℃の炉温度及び8時間の炉滞留時間を使用して例1に記載の積層体製造法を反復した。得られたPTFE-ポリエステル膜積層体を5.0メガラドのγ線にさらした。

積層体の疎水性及び機械的強度を例1に記載の如くして評価した。各種ビタミンの水溶液に15 psiで96時間さらした後に、積層体は、その

ライン速度	4.3 ft/分
圧力	50 ニュートン/cm
加熱ロール上での 滞留時間	46秒

どちらのプロセス条件下に製造した膜積層体も、5メガラドのγ線にさらした後に機械的強度を全く有していなかった。

### 例 4

次のプロセス条件、

巻き戻し張力	25 lb
ニップ圧	40 lb/in <sup>2</sup>
ロール長さ	180 ft

を使用して、アルミニウムコア上にポリテトラフルオールエチレン膜(FGUP)、不織ポリエステル(Hollytex 3252)及び高温に耐えることのできる紙ウェブを積重ね合わせた。

このロールを熱風循環炉に220℃で6時間入れ、次いで巻き戻しそして紙を取り除いた。

この方法で製造した膜積層体は、5メガラドのγ線にさらした後に逆方向において10 psi圧

力の1秒パルスに50回以上耐えることができた。

代理人の氏名

倉内 基



間

風間 弘



第1頁の続き

⑥Int. Cl.<sup>5</sup>

B 32 B 7/02  
27/16  
27/30

識別記号

1 0 1

D

庁内整理番号

6804-4F  
6762-4F  
8115-4F

⑦発 明 者 ビネイ・ゲール

米国マサチューセッツ州アクトン、パーカー・ストリート  
147